

FILM USED IN ORGANIC EL ELEMENT AND ORGANIC EL DEVICE

Patent number: JP2002260848
Publication date: 2002-09-13
Inventor: SAWAI YUICHI; OISHI TOMOJI; KANEKO YOSHIYUKI;
ARAYA SUKEKAZU
Applicant: HITACHI LTD
Classification:
- International: H05B33/04; C08F299/08; H01L51/50; H01L51/52;
H05B33/04; C08F299/00; H01L51/50; (IPC1-7):
H05B33/04; C08F299/08; H05B33/14
- european: H01L51/52C
Application number: JP20010060446 20010305
Priority number(s): JP20010060446 20010305

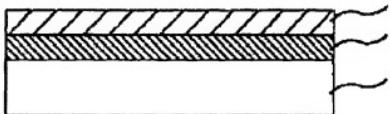
Also published as:
 US6638645 (B2)
 US2002168545 (A)

[Report a data error](#) [he](#)

Abstract of JP2002260848

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a film used in an organic EL device which has a gas barrier performance sufficient for protection of an organic EL element, and an organic EL element structure using the same. **SOLUTION:** This film is used in an organic electroluminescence element and the molecular structure of the film has an organic skeleton and an inorganic skeleton, and the film is made of an organic and inorganic hybrid material containing fluoro group, siloxane group and photosensitive group.

1



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2002-260848
(P2002-260848A)

(43)公開日 平成14年9月13日(2002.9.13)

(51)Int.Cl.⁷
H 05 B 33/04
C 08 F 299/08
H 05 B 33/14

識別記号

F I
H 05 B 33/04
C 08 F 299/08
H 05 B 33/14

テ-73-1⁸ (参考)
3 K 007
4 J 027
A

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2001-60446(P2001-60446)

(22)出願日 平成13年3月5日(2001.3.5)

(71)出願人 000005108
株式会社日立製作所
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地
(72)発明者 沢井 哲一
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株
式会社日立製作所日立研究所内
(72)発明者 大石 知司
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株
式会社日立製作所日立研究所内
(74)代理人 100074631
弁理士 高田 幸彦 (外1名)

最終頁に続く

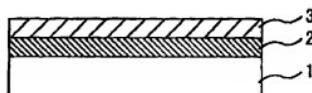
(54)【発明の名称】 有機EL素子に用いるフィルム及び有機EL装置

(57)【要約】

【課題】有機EL素子の保護に十分なガスバリア性を有する有機EL装置に用いるフィルム及びそれを用いた有機EL素子構造を提供する。

【解決手段】有機EL(エレクトロルミネッセンス)素子に用いるフィルムであって、該フィルムの分子構造は有機骨格部と無機骨格部を有し、フッ素基、シロキサン基及び感光性基を含む有機無機ハイブリッド材料であることを特徴とするフィルム。

図 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】有機 E L (エレクトロルミネッセンス) 素子に用いるフィルムであって、該フィルムの分子構造は有機骨格部と無機骨格部を有し、フッ素基、シロキサン基及び感光性基を含む有機無機ハイブリッド材料であることを特徴とするフィルム。

【請求項 2】請求項 1において、前記フィルムの分子構造の主骨格がポリクロロフルオロエチレンにシロキサン基が結合した重合体を含むことを特徴とするフィルム。

【請求項 3】請求項 1 又は 2 に記載の有機無機ハイブリッド材料膜(有機無機ハイブリッド層)及び無機材料蒸着膜(無機層)を少なくとも 1 層ずつプラスチック基材上に積層した無機層と有機無機ハイブリッド層を含む多層状フィルムであって、構造である事を特徴とするフィルム。

【請求項 4】無機層と有機無機ハイブリッド層を含む多層状フィルムであって、該フィルムは、請求項 3 に記載の有機 E L 装置に用いるフィルムを少なくとも 2 枚以上積層した構造を有する事を特徴とする有機 E L 装置に用いるフィルム。

【請求項 5】請求項 1～3 のいずれかにおいて、有機無機ハイブリッド層が可視光波長以下の粒子径を有する無機材料微粒子を 5～50 重量% 含有したことを特徴とする有機 E L 装置に用いるフィルム。

【請求項 6】請求項 3～5 のいずれかにおいて、無機材料蒸着膜又は無機材料微粒子が Si O_x (xは2以下) , A₂O₃ , S i₃N₄ , Mg O , Ca O の少なくともいずれかであることを特徴とする、有機 E L 装置に用いるフィルム。

【請求項 7】請求項 1～6 のいずれかにおいて、有機 E L 装置に用いるフィルムを用い、熱ラミネート法または接着剤により片面または両面から封止した構造を有する有機 E L 素子。

【請求項 8】請求項 1～6 のいずれかにおいて、有機 E L 装置に用いるフィルムを用い、熱ラミネート法または接着剤により片面または両面から封止し、対向基板レス構造を有する有機 E L 素子。

【請求項 9】請求項 7 又は 8 において、封止部内が大気圧以上の不活性ガスで満たされていることを特徴とする有機 E L 素子。

【請求項 10】ポリエチレンフタレート P E T 基材の片面に有機無機ハイブリッド膜が形成され、該有機無機ハイブリッド膜の表面に無機材料蒸着層が形成されてなることを特徴とする有機 E L 素子封止用フィルム。

【請求項 11】2 枚のポリエチレンフタレート P E T 基材の片面に有機無機ハイブリッド膜が形成され、該有機無機ハイブリッド膜の表面に無機材料蒸着層が形成されてなるフィルムが接着層を介してそれぞれが該接着層の片側主(上)面ともう一方の片側主(下)面に張り合わ

は前記フィルムのポリエチレンフタレート P E T 基材のもう一方の片面が接しており、前記下面には前記フィルムの無機材料蒸着層が接していることを特徴とする有機 E L 素子封止用フィルム。

【請求項 12】ガラス基板上に金属カソードを介して I T O 電極を有する有機 E L 層が形成され、少なくとも前記 I T O 電極を覆うようにバッシベーション膜が形成されてなる有機 E L 素子であって、該バッシベーション膜がポリエチレンフタレート P E T 基材の片面に有機無機ハイブリッド膜が形成され、該有機無機ハイブリッド膜の表面に無機材料蒸着層が形成されてなるフィルムであることを特徴とする有機 E L 素子。

【請求項 13】ガラス基板上に金属カソードを介して I T O 電極を有する有機 E L 層が形成され、少なくとも前記 I T O 電極を覆うようにバッシベーション膜が形成されてなる有機 E L 素子であって、該バッシベーション膜が 2 枚のポリエチレンフタレート P E T 基材の片面に有機無機ハイブリッド膜が形成され、該有機無機ハイブリッド膜の表面に無機材料蒸着層が形成されてなるフィルムが接着層を介してそれぞれ片側主(上)面ともう一方の片側主(下)面に張り合わせた有機 E L 素子封止用フィルムであって、前記上面には前記フィルムのポリエチレンフタレート P E T 基材のもう一方の片面が接しており、前記下面には前記フィルムの無機材料蒸着層が接しているフィルムであることを特徴とする有機 E L 素子。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機 E L 装置の耐劣化に有効なガスピアリ性を有するフィルム及びそれを用いた有機 E L 素子に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】エレクトロルミネッセンス(以下、 E L という) 素子は固体蛍光性物質の電界発光又は E L 発光を利用した発光デバイスである。

【0 0 0 3】現在、液晶ディスプレイのバックライトやフラットディスプレイ等には無機系材料を発光体として用いた無機 E L 素子が実用化されている。

【0 0 0 4】また、有機 E L 素子は簡単な方法で低コストで製造できる可能性があり、その開発研究が盛んに行われている。この有機 E L 素子に使用される発光層や正孔輸送層等の有機固体は一般に水分や酸素に弱く、ダクススポットの成長や輝度の低下を招く。有機 E L 素子の信頼性を保証するには有機材料や電極材料への水分及び酸素の進入を阻止する素子封止形態とすることが重要である。

【0 0 0 5】有機 E L 素子の封止方法については多数の提案がなされてきた。例えば、有機 E L 素子を吸湿材と共に金属封止する方法、背面電極の外側にガラス板を設

する方法などがある。また、ガスバリア性に優れた有機フィルムや無機酸化物蒸着膜を有するフィルムで有機EL素子を封止する方法も提案されている。

【0006】有機EL素子の封止フィルムとしては、ポリクロロトリフルオロエチレン（PCTFE）等の有機薄膜や、真空蒸着法、スペッタリング法、イオンプレーティング法等の物理気相成長法（PVD法）や、プラズマ化学気相成長法、熱化学気相成長法、光化学気相成長法等の化学気相成長法（CVD法）を利用して、プラスチック基材上に SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 等の無機酸化物膜を形成した、透明なガスバリア性フィルムの開示がある。

【0007】一般の食品包装用の有機ポリマーの酸素透過度は数 $10 \sim 100 \text{ cc/m}^2 \text{ day}$ 、水蒸気透過度は数 $10 \sim 100 \text{ g/m}^2 \text{ day}$ である。ポリクロロトリフルオロエチレン（PCTFE）等、特にパリア性を強化した分子構造を有する有機ポリマーの酸素透過度は数 $\text{cc/m}^2 \text{ day}$ 、水蒸気透過度は数 $\text{g/m}^2 \text{ day}$ である。

【0008】一方、PVD法やCVD法を利用して、プラスチック基材上に SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 等の無機酸化物膜を形成したガスバリア性フィルムは緻密であり、例えば厚さ $30 \mu\text{m}$ PET基材上に蒸着された厚さ $5 \mu\text{m}$ の SiO_2 膜の酸素透過性は $1 \text{ cc/m}^2 \text{ day}$ 、水蒸気透過性は $1 \text{ g/m}^2 \text{ day}$ 程度である。特開平11-80934号公報ではプラスチック基材表面に蒸着した Al_2O_3 膜表面を酸素ガスでプラズマ処理した後に水酸基を導入することにより、簡素な行程で酸化アルミニウムと水酸化アルミニウムの複合薄膜を設け、酸素透過度 $1.2 \text{ cc/m}^2 \text{ day}$ 、水蒸気透過度 $2.0 \text{ g/m}^2 \text{ day}$ を開示している。また、特開平11-33297号公報ではPET基材表面を酸素ガスでプラズマ処理した後に無機酸化物の蒸着膜を形成したフィルムにより、酸素透過度 $0.9 \text{ cc/m}^2 \text{ day}$ 、水蒸気透過度 $0.8 \text{ g/m}^2 \text{ day}$ を開示している。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】表示装置に用いる有機EL素子の封止材には、透明性と同時に、従来の食品包装用材と比較して格段に高いガスバリア性が要求される。しかしながら上述したガスバリア性有機フィルムや無機蒸着膜は、いずれも有機EL素子の封止材として有効なガスバリア性は実現されていない。公知のガスバリア性フィルムの厚みを厚くすることにより、有機EL素子封止に十分なガスバリア性を実現するには、膜厚を 10 cm 程度にする必要がある。無機材料蒸着膜のガス透過性もまた膜厚の増加に伴い減少するが、膜厚が 100 nm 以上になるとガス透過性は一定値となりそれ以上減少しなくなる。このため、無機蒸着膜を厚くして有機EL素子封止に十分なガスバリア性を実現することも困難である。

材料蒸着膜の膜厚を厚くして有機EL装置に用いることはできない。

【0010】また上記の他にも有機EL素子の封止方法が提案されているが、EL素子の軽量化、薄型化に関して課題が残っている。

【0011】本発明の目的は、有機EL素子の保護に十分なガスバリア性を有する有機EL装置に用いるフィルム及びそれを用いた有機EL素子構造を提供することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく銳意検討した結果、フッ素系置換基及びシロキサン基を有する有機無機ハイブリッド材料及びPCTFEを基本骨格とした有機骨格部と無機骨格部から成る有機無機ハイブリッド材料が優れたガスバリア性を有することを見いだした。またPET基材上に有機無機ハイブリッド材料膜及び無機材料蒸着膜を形成した多層構造を有するシートはより優れたガスバリア性を有すること、またそれぞれの層を厚くするのではなく複数枚のシートを重ねることにより、更に優れたガスバリア性が実現されることを見いだし、本発明に至った。

【0013】すなわち、本発明の特徴は、有機EL（エレクトロルミネッセンス）素子に用いるフィルムであって、該フィルムの分子構造は有機骨格部と無機骨格部を有し、フッ素基、シロキサン基及び感光性基を含む有機無機ハイブリッド材料にある。

【0014】

【発明の実施の形態】上記課題は、有機骨格部と無機骨格部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機EL装置に用いるフィルムであって、フッ素基、感光性基、シロキサン基を有するフィルムを用いることにより解決される。

【0015】有機EL装置に用いるフィルム塗布液の成膜温度を低くするために感光性基を導入し、ガスバリア性を高めるためシロキサン基を導入し、特に水蒸気バリア性を高めるためにフッ素基を導入する。特に成膜温度を低くする必要がない場合は、上記課題は、有機骨格部と無機骨格部を有する有機無機ハイブリッド材料から成る有機EL装置に用いるフィルムであって、主骨格としてのポリクロロトリフルオロエチレンに無機骨格部であるシロキサン基が結合した重合体から成るフィルムを用いることにより解決される。

【0016】有機EL装置の信頼性を更に高めるためには、無機層と有機無機ハイブリッド層を含む多層状フィルムであって、該多層状フィルムは、プラスチック基材上有機無機ハイブリッド材料膜（有機無機ハイブリッド層）及び無機材料蒸着膜（無機層）を少なくとも1層ずつ以上積層した構造を有する有機EL装置に用いるフィルムを用いればよい。

ルムを2枚以上張り合わせて用ることにより、フィルムのガスバリア性を飛躍的に向上させ、有機EL装置の信頼性を更に高めることができる。

【0018】無機材料蒸着膜としては、 SiO_x ($x=2$ 以下)、 Al_2O_3 、 MgO 、 Si_3N_4 等からなる緻密な膜が適当である。このような無機材料蒸着膜に、更に CaO 等、吸湿性を有する無機材料蒸着膜を蒸着した無機材料蒸着膜とすることにより、無機材料蒸着膜に、緻密性及び吸湿性等、複数の機能を持たせ、より信頼性の高い有機EL装置に用いるフィルムとする。前記の SiO_x 、 Al_2O_3 、 Si_3N_4 、 MgO 、 CaO のような無機材料は、蒸着膜として多層フィルム間に存在しても、微粒子状として有機無機ハイブリッド層内に存在してもその機能が発揮される。

【0019】本発明のフィルムは有機EL装置に用いることが主目的であるため、無機材料微粒子を有機樹脂膜内に分散する場合は、粒径が可視光の波長以下、有機樹脂に対して5から50重量%とすることにより、有機EL装置に用いるフィルムの透明性を維持する。

【0020】本発明による有機EL装置に用いるフィルムを用い、ガスバリア性を有する接着剤や熱ラミネート法等の方法で有機EL装置を片面または両面から封止することにより、軽量で薄型の有機EL装置を得る。

【0021】本発明の有機EL装置に用いるフィルムはガスバリア性が高い上透明があるので、有機EL装置を対向基板レス構造にすることも可能である。このような有機EL装置の封止工程を大気圧以上の不活性ガス中で充填し、有機EL装置内部を大気圧以上の不活性ガスで充填することにより、有機EL装置に用いるフィルム及び接着層の見かけのガスバリア性を向上させ、更に信頼性の高い有機EL装置を得る。

【0022】図1は、CVD法7などにより無機材料蒸着層2を形成したPET材料1に、有機無機ハイブリッド膜3を塗布したフィルムの概念図である。このようにバリア性を有する層を多層状に設けることにより、フィルムのバリア性は増す。

【0023】図2は図1に示す多層フィルムを、接着層4により2枚貼り合わせたフィルムである。バリア性の高いフィルムを複数枚貼り合わせることにより、更にバリア性の高いフィルムが簡単に得られる。このようにバリア性が高く、透明なフィルムを用いれば、有機EL素子からの光の取り出し効率を高めることができる。

【0024】図3は本発明によるバリア性フィルムを用いた有機EL素子である。ガラス基板5の上に金属カソード6、有機EL層7、ITO電極8が積層されている。

【0025】従来の有機EL素子の場合、これらを金属缶により封止していたため、有機EL素子から発光した光はガラス基板5から取り出していた。ところがガラス基板上にはTFT回路が形成されているために、その四ハーフ波並みの凹凸による反射が界面で光を吸収す

った。

【0026】本発明のフィルムを封止剤として用いれば、有機EL素子から発光した光を、上部の有機無機ハイブリッド膜9から取り出すことができ、光を遮るものが無いため、光の取り出し効率を格段に高められる。

【0027】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明する。

【0028】

【実施例1】本発明による有機EL装置に用いるフィルムを塗布成膜するために用いる有機無機ハイブリッド材料を以下により合成した。

【0029】(A)成分： $\text{CF}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ($n=1-10$)と、(B)成分：アルコキシ基含有感光性アクリル樹脂及び(C)成分： $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ を(A)：(B)：(C)=1:1:1のモル比でエタノール又はイソプロピルアルコール中で混合し、化学量論量の H_2O_2 及び触媒として若干量の酸を添加し、各成分のアルコキシ基部の加水分解、重縮合反応により、シロキサン結合、フッ素基及び感光性基を含む有機無機ハイブリッド溶液を作製した。

【0030】前記で得た有機無機ハイブリッド溶液を図1に示す厚さ1.2μmのPET基材1上に塗布成膜し、紫外線(365nm又は254nm, 1.0mW/cm²)を10分間照射して感光性基を光重合させ、低温でPET基材1上に有機無機ハイブリッド膜2(厚さ1μm)を形成した。

【0031】比較例として、有機無機ハイブリッド膜の代わりに、ポリクロロトリフルオロエチレンPCTFE(厚さ1μm)を塗布成膜したフィルムを作製した。

【0032】次に、有機無機ハイブリッド膜付きPETフィルム、PCTFE付きPETフィルム及びPETフィルム上に、真空蒸着法により SiO_x 膜($x=2$ 以下)、または Al_2O_3 膜、又は $\text{SiO}_x+\text{Al}_2\text{O}_3$ 複合膜をそれぞれ50nm蒸着により無機材料蒸着層3を形成し、ガス透過性評価試料とした。

【0033】得られた積層フィルムの酸素透過度及び水蒸気透過度を評価した。

【0034】(1)酸素透過度の測定

上述のように作製したガスバリア性フィルムを使用し、温度30°C、湿度90%RHの条件で、米国モコン(MOCON)株式会社製の酸素透過度測定装置(OXTRAN 2/20)を使用し、圧力差0.1MPaの条件下酸素透過度を測定した。装置の測定限界は0.01cc/m²/dayである。

【0035】(2)水蒸気透過度の測定

上述のように作製したガスバリア性フィルムを使用し、温度30°C、湿度90%RHの条件で、米国モコン(MOCON)株式会社製の透湿度測定装置(Permatran 2/20)を使用し、圧力差0.1MPaの条件下水蒸気透過度を測定した。

置の測定限界は $0.01 \text{ g/m}^2/\text{day}$ である。

【0036】測定結果を表1に示す。PET基材にPCTFEを成膜したフィルム(番号1-2)や、無機材料蒸着層を形成したフィルム(番号2-1, 3-1, 4-1)の酸素透過度及び水蒸気透過度に比べ、有機無機ハイブリッド膜を形成したフィルム(番号1-3)のガスバリア性は高いことが示された。

番号	試料構成	厚み(μm)	酸素透過度($\text{cc}/\text{m}^2/\text{day}$)	水蒸気透過度($\text{g}/\text{m}^2/\text{day}$)
1-1	PET	12.1	194	41
1-2	PET/PCTFE	13.3	25.2	2.2
1-3	PET/有機無機ハイブリッド材	13.2	0.55	0.61
2-1	PET/SiO _x	12.0	2.0	2.2
2-2	PET/PCTFE/SiO _x	13.1	1.6	0.8
2-3	PET/有機無機ハイブリッド材/SiO _x	13.2	0.02	0.02
3-1	PET/Al ₂ O ₃	12.2	2.4	2.1
3-2	PET/PCTFE/Al ₂ O ₃	13.2	1.9	1.1
3-3	PET/有機無機ハイブリッド材/Al ₂ O ₃	13.1	0.03	0.09
4-1	PET/SiO _x /Al ₂ O ₃	12.0	1.8	2.2
4-2	PET/PCTFE/SiO _x /Al ₂ O ₃	13.3	1.7	1.6
4-3	PET/有機無機ハイブリッド材/SiO _x /Al ₂ O ₃	13.3	0.05	0.08

【0038】

【実施例2】シーラント層として厚さ $5 \mu\text{m}$ のL LDPEフィルム(タイプTUX-T C)を使用し、実施例1で使用した各フィルムを数枚貼り合わせた試料を作製し、実施例1と同様にガスバリア性を評価した。作製したフィルム試料の構造例を図2に示す。図2において4が、2枚のフィルムを貼り合わせるためのシーラント層である。このようにそれぞれのフィルムを2枚貼り合わせた試料のガスバリア性を表2に、5枚貼り合わせた試料のガスバリア性を表3にまとめる。

【0039】本発明による有機無機ハイブリッド材を用いた多層フィルムを2枚貼り合わせることにより、ガスバリア性は1枚のものと比べて飛躍的に低下し、無機材料蒸着層を有する複合フィルムにおいては、ガスバリア性は装置の測定限界以下となる。

【0040】また多層フィルムを5枚貼り合わせたフィルムにおいては、全てのフィルムのガスバリア性が装置の測定限界以下となった。また多層フィルムを5枚貼り合わせたフィルムにおいても、その透明性はほとんど失われておらず、有機EL装置に用いるフィルムとして非常に適していることがわかった。本実施例では、実施例1で用いた多層フィルムを2枚または5枚貼り合わせた複合フィルムを用いてガスバリア性を評価したが、貼り合わせるべき多層フィルムの枚数を制限するものではない。

【0041】

【表2】

示された。また、無機材料蒸着膜と有機無機ハイブリッド膜を複合化することにより(番号2-3, 3-3, 4-3)、更にガスバリア性を高められることが示された。

【0037】

【表1】

表 2

番号	厚み(μm)	酸素透過度($\text{cc}/\text{m}^2/\text{day}$)	水蒸気透過度($\text{g}/\text{m}^2/\text{day}$)
1-1	28.5	98	25
1-2	31.2	38.0	1.3
1-3	31.3	0.23	0.29
2-1	28.8	1.1	1.2
2-2	31.0	0.7	0.8
2-3	30.9	測定限界以下	測定限界以下
3-1	28.0	1.2	0.9
3-2	31.5	1.1	0.4
3-3	31.4	測定限界以下	測定限界以下
4-1	28.1	1.0	1.2
4-2	31.0	0.8	0.8
4-3	31.2	測定限界以下	測定限界以下

【0042】

【表3】

表 3

番号	厚み(μm)	酸素透過度($\text{cc}/\text{m}^2/\text{day}$)	水蒸気透過度($\text{g}/\text{m}^2/\text{day}$)
1-1	72.0	32	7.5
1-2	77.2	14.8	0.78
1-3	77.4	測定限界以下	測定限界以下
2-1	72.3	0.41	0.45
2-2	77.0	0.32	0.17
2-3	77.3	測定限界以下	測定限界以下
3-1	71.8	0.44	0.39
3-2	77.2	0.35	0.21
3-3	77.1	測定限界以下	測定限界以下
4-1	73.0	0.38	0.37
4-2	77.5	0.35	0.36
4-3	77.0	測定限界以下	測定限界以下

【0043】

【実施例3】実施例1で用いた有機無機ハイブリッド材料塗布液とATO液を混合することにより、球状SnO₂微粒子(粒径200nm)1, 5, 10, 30, 50, 70重量%をそれぞれ均一に分散した塗布液を作製し、厚さ $25 \mu\text{m}$ のPETフィルム上に塗布成膜し、コーティング層の厚みが $1 \mu\text{m}$ 程度

有機無機ハイブリッド材料膜のガスバリア性評価結果を表4に示す。5から50重量%の微粒子分散により、フィルムの透明性を維持しつつ、有機無機ハイブリッド材料

膜のガスバリア性が向上していることがわかる。

【0044】

【表4】

表 4

SiO ₂ 微粒子添加量 (重量%)	厚み(μm)	酸素透過度 (cc/m ² /day)	水蒸気透過度 (g/m ² /day)	透明度
1	26.1	0.55	0.62	透明
5	26.0	0.43	0.53	透明
10	26.3	0.31	0.40	透明
30	25.9	0.24	0.28	透明
50	28.0	0.12	0.15	やや透明
70	26.1	0.10	0.15	透明性に欠ける

【0045】

【実施例4】実施例2で得られた有機無機ハイブリッド多層フィルムとして、表2に記載のフィルム試料を用い有機EL素子を作製した。

【0046】本実験で用いた有機EL素子は、図3に示すように、ガラス基板5上に金属カソード6/有機EL層(緑色)7/I TO電極層8を積層したものである。大気圧(0.1MPa)窒素雰囲気中のグローブボックス内にて、有機EL素子(15mm×20mm)のITO電極上に、大きさ40mm×50mmに切り出した有機無機ハイブリッドバッシャンション膜9(表2に記載のフィルムl-3)を接着剤にて貼り付けることにより有機EL素子を封止し、EL素子Aとした。同様に表2のフィルム2-3で封止した有機EL素子をEL素子Bとし、フィルムl-1で封止した有機EL素子を比較用EL素子とした。

【0047】またグローブボックス内の窒素圧力を2気圧(0.2MPa)とし、上記と同様の方法で表2に記載のフィルム2-3で有機EL素子を封止し、EL素子Cとした。

【0048】これらの有機EL素子を、気温50°C、相対湿度90%の温潤空气中に設置し、100V、400Hzの交流電源に接続し、連続点灯してその輝度を測定した。実験開始直後の輝度を100%とし、輝度の経時変化を測定した結果を図4に示す。比較用EL素子に比べて、EL素子A、EL素子B、EL素子Cの順に輝度の低下率が小さいことが確認された。すなわち、有機EL素子の信頼性

を向上させるには、封止用フィルム材料として本発明の有機無機ハイブリッド材を用いればよいことがわかる。

【0049】また封止用フィルムを無機材料蒸着膜と有機無機ハイブリッド材料膜との多層構造とすることにより、有機EL素子の信頼性がより一層向上し、封止内部を大気圧以上の不活性ガスで充填することにより、有機EL素子の信頼性を更に高められることが示された。

【0050】

【発明の効果】本発明により、酸素及び水蒸気バリア性に優れた透明なバッシャンション膜が得られる。これにより得られるバッシャンション膜は、有機EL装置の耐劣化用保護膜として利用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】無機層と有機無機ハイブリッド層を含む多層状フィルムの構造例。

【図2】図1の多層状フィルムを2枚張り合わせたフィルムの構造例。

【図3】本発明によるフィルムにて封止した有機EL素子の構造例。

【図4】本発明によるフィルムで封止した有機EL素子の輝度の経時変化。

【符号の説明】

1…PET基材、2…有機無機ハイブリッド膜、3…無機材料蒸着層、4…接着層、5…ガラス基板、6…金属カソード、7…有機EL層、8…ITO電極、9…有機無機ハイブリッドバッシャンション膜。

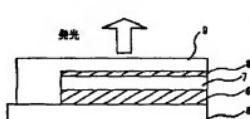
【図1】



【図2】

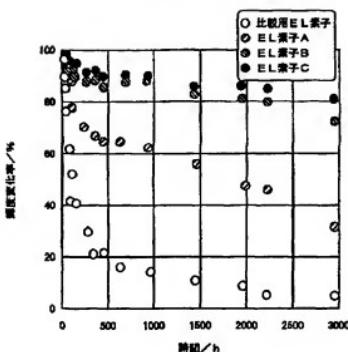


【図3】



【図4】

図4



【手続補正書】

【提出日】平成13年5月28日(2001.5.28)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正内容】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機EL装置の耐酸素及び水蒸気劣化に有効なガスバリア性を有するフィルム及びそれを用いた有機EL素子に関する。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正内容】

【0025】従来の有機EL素子の場合、これらを金属

缶により封止していたため、有機EL素子から発光した光はガラス基板5から取り出されていました。ところがガラス基板上にはTFT回路が形成されているために、その部分で光が遮られ、光の取り出しが効率が悪い欠点があつた。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正内容】

【0050】

【発明の効果】本発明により、酸素及び水蒸気バリア性に優れた透明なパッキンペーション膜が得られる。これにより得られるパッキンペーション膜は、有機EL装置の耐酸素及び水蒸気劣化用保護膜として利用することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 金子 好之

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 荒谷 介和

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

Fターム(参考) 3K007 AB11 BB04 CA01 CB01 DA01
DB03 EA01 EB00 FA02